

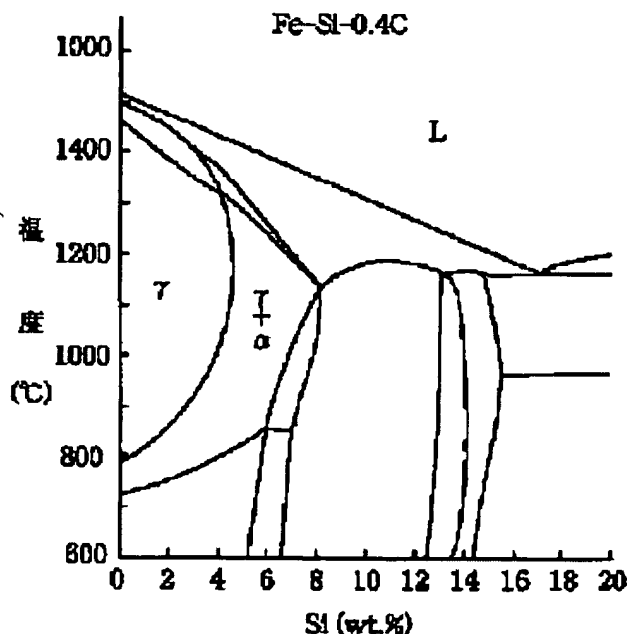
HIGH SILICON STEEL THIN SHEET AND ITS PRODUCTION

Patent number: JP2000192204
Publication date: 2000-07-11
Inventor: TOMIOKA TATSUYA; OMORI HIROSHI
Applicant: DAIDO STEEL CO LTD
Classification:
- **International:** C22C38/00; B22F3/00; C22C38/02; H01F1/16
- **European:**
Application number: JP19980373124 19981228
Priority number(s): JP19980373124 19981228

Report a data error here

Abstract of JP2000192204

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a high silicon steel sheet in which the concn. of oxygen is reduced to a level in which the characteristics as those of a magnetic material are not deteriorated, moreover high in cold workability and capable of working to an optional thickness by cold rolling. **SOLUTION:** This steel sheet is the one having an alloy compsn. contg. 4.5 to 8.0% Si, $\leq 0.01\%$ C, $\leq 0.05\%$ O, and the balance substantial Fe, in which the size of crystal grains is controlled to $\leq 50 \mu\text{m}$, preferably to $\leq 20 \mu\text{m}$. For producing this, a stock of the powder of an alloy having a compsn. contg. 4.5 to 8.0% Si, 0.1 to 0.8% C, and the balance substantial Fe or the one obtd. by molding a powdery mixture of each component giving this compsn. by mixing into a planar shape is prepd., this stock is heated to a temp. positioning in a loop or a ($\gamma + \alpha$) loop in an Fe-Si phase diagram, the content of O is reduced by CO deoxidizing reaction, the crystal grains are refined by cooling, next, hydrogen is acted, and, the content of C is reduced by CH reaction.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Best Available Copy

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-192204

(P2000-192204A)

(43) 公開日 平成12年7月11日 (2000.7.11)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード (参考)
C 2 2 C 38/00	3 0 3	C 2 2 C 38/00	3 0 3 U 4 K 0 1 8
B 2 2 F 3/00		38/02	5 E 0 4 1
C 2 2 C 38/02		B 2 2 F 3/00	E
H 0 1 F 1/16		H 0 1 F 1/16	A

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平10-373124

(22) 出願日 平成10年12月28日 (1998. 12. 28)

(71) 出願人 000003713

大同特殊鋼株式会社

愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号

(72) 発明者 富岡 達也

愛知県名古屋市中川区明徳町2の7

(72) 発明者 大森 浩志

愛知県名古屋市緑区潮見ヶ丘3-65

(74) 代理人 100070161

弁理士 須賀 総夫

Fターム (参考) 4K018 AA26 CA07 CA37 DA33 FA02
KA43

5E041 AA02 AA19 BD01 CA02 HB03

HB05 HB09 HB11 NN01 NN06

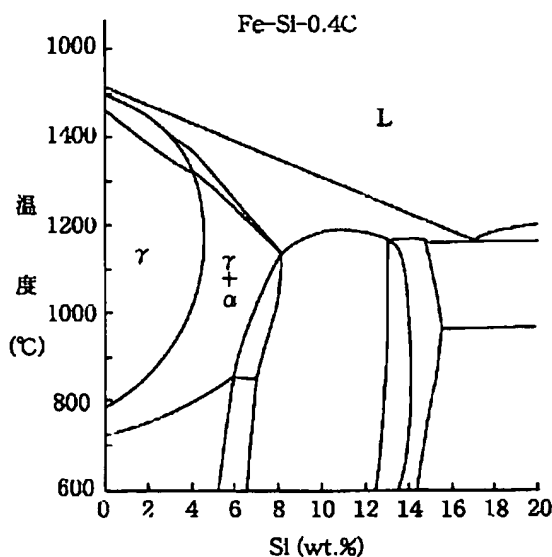
NN17 NN18

(54) 【発明の名称】 高珪素鋼薄板とその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高珪素鋼板において、酸素濃度が磁気材料としての特性を損なわないレベルまで低減されていて、しかも冷間加工性が高く、冷間圧延により任意の厚さの薄板に加工できるものを提供すること。

【解決手段】 Si : 4.5~8.0%を含有し、C : 0.01%以下、かつO : 0.05%以下であって、残部が実質的にFeからなる合金組成を有し、結晶粒のサイズが50 μ m以下、好ましくは20 μ m以下の高珪素鋼板の薄板。これを製造するには、Si : 4.5~8.0%およびC : 0.1~0.8%を含有し、残部が実質的にFeからなる組成の合金の粉末、または混合によりこの組成を与える各成分の粉末混合物を板状に成形してなる素材を用意し、この素材を、Fe-Si状態図における γ ループまたは($\gamma + \alpha$)ループ内に位置する温度に加熱してCO脱炭反応によりO含有量を低減し、冷却して結晶粒を微細化し、ついで水素を作用させてCH反応によりC含有量を低減する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 Si: 4.5~8.0%を含有し、C: 0.01%以下、かつO: 0.05%以下であって、残部が実質的にFeからなる合金組成を有し、結晶粒のサイズが50 μ m以下である高珪素鋼の薄板。

【請求項2】 Si: 4.5~8.0%およびC: 0.1~0.8%を含有し、残部が実質的にFeからなる組成の合金の粉末、または混合によりこの組成を与える各成分の粉末混合物を板状に成形してなる素材を用意し、この素材を、Fe-Si状態図における γ -ループまたは($\gamma+\alpha$)ループ内に位置する温度に加熱してCO脱炭反応によりO含有量を低減し、冷却して結晶粒を微細化し、ついで水素を作用させてCH反応によりC含有量を低減する諸工程からなる高珪素鋼の薄板の製造方法。

【請求項3】 素材の用意を、次の方法により行なう請求項2の高珪素鋼の薄板の製造方法:

1) 合金の粉末または各成分の粉末混合物を適宜のバインダーを用いて板状に成形し、非酸化性雰囲気中で加熱して焼結し、圧延すること、または

2) 合金の粉末または各成分の粉末混合物を粉末圧延法により板状に成形し、非酸化性雰囲気中で加熱して焼結および(または)焼鈍し、圧延すること。

【請求項4】 素材を用意する工程における非酸化性雰囲気下の加熱中に、CO生成反応による脱炭を同時に行なう請求項3の高珪素鋼の薄板の製造方法。

【請求項5】 水素を作用させるに先立ち冷間圧延を行なって、結晶粒のサイズをさらに微細にする工程を付加した請求項2の高珪素鋼の薄板の製造方法。

【請求項6】 水素を作用させる工程を、温度700~1350℃において、50容積%以上のH₂と残部の不活性ガスとからなる混合ガスの雰囲気下に置くことにより実施する請求項2の高珪素鋼の薄板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、主として電磁気部材として用いられる高珪素鋼板において、冷間加工性にすぐれた薄板に関し、その製造方法にも関する。

【0002】

【従来の技術】変圧器の鉄心材料とする珪素鋼板、すなわちFe-Si合金は、Si含有量が6.5%のものが磁歪が最小であって好ましい組成といえるが、この系においてはSi含有量が高くなるにつれて加工性が悪くなり、4.5%を超えると冷間圧延が不可能になる。

【0003】そこで、通常は圧延可能な範囲の合金組成を選択するが、どうしてもこの限界を超えようとする努力の現われとして、いわゆる浸珪法が提案された。これは、加工性のよい合金、たとえばFe-3%Si合金を圧延して薄板をつくり、SiCl₄を使用したCVDA法により表面のSi量を高め、続く加熱によってSiを拡散させ、全体のSi量を6.5%近辺にする方法であ

る。この技術は、薄板の製造に適するが、コスト高は免れない。

【0004】別の方法として、粉末冶金法による高いSi量の実現が試みられている。ところが、金属粉末には、製造の過程でかなり高濃度の酸素が入ってしまい、それが珪素鋼板に持ち込まれるため、製品の磁気材料としての性能が低いという難点がある。この観点から、鋼中のO量とは、0.1%以下であることが望まれる。また、粉末冶金法により製造した板材は、高珪素含有量のため加工性が低く、冷間圧延が困難であり、任意の厚さの薄板を得ることができない点で、やはり限界がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、従来試みられた粉末冶金法による高珪素鋼板においてみられる上記の限界を打破し、酸素濃度が磁気材料としての特性を損なわない程度に低減されていて、しかも冷間加工性が高く、冷間圧延により任意の厚さの薄板に加工できるものを提供することにある。そのような高珪素鋼板の工業的に有利な製造方法を提供することまた、本発明の目的に含まれる。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の高珪素鋼の薄板は、Si: 4.5~8.0%を含有し、C: 0.01%以下、かつO: 0.05%以下であって、残部が実質的にFeからなる合金組成を有し、結晶粒のサイズが50 μ m以下であることを特徴とする。好ましい態様のものは、結晶粒のサイズが20 μ m以下である。

【0007】上記のような高珪素鋼の薄板を製造する本発明の方法は、Si: 4.5~8.0%およびC: 0.1~0.8%を含有し、残部が実質的にFeからなる組成の合金の粉末、または混合によりこの組成を与える各成分の粉末混合物を板状に成形してなる素材を用意し、この素材を、Fe-Si状態図における γ -ループまたは($\gamma+\alpha$)ループ内に位置する温度に加熱してCO脱炭反応によりO含有量を低減し、冷却して結晶粒を微細化し、ついで水素を作用させてCH反応によりC含有量を低減する諸工程からなる。

【0008】

【発明の実施の形態】使用する原料粉末は、Si: 4.5~8.0%およびC: 0.1~0.8%を含有し、残部が実質的にFeからなる均一な組成の合金の粉末であってもよいし、また混合によりこの組成を与える各成分の粉末混合物であってもよく、いわゆるブレアロイ法によることも、プレミックス法によることも可能である。

【0009】Si含有量は、いうまでもなく、所望する珪素鋼板の合金組成がどうであるかによって決定され、C含有量は、原料粉末に含まれるOと、それをどのレベルまで低減することを望むかによって決定される。一般に、粉末金属には0.2%程度のOが含有されるから、脱炭を充分に行なうには、これに対応して、Cが0.1

%以上以上存在することが必要であり、0.2%以上が好ましい。要するにCの含有量は、COの生成に見合う量であればよいことになるが、通常、0.3~0.6%程度のCが存在することが望ましい。0.8%をこえるCの添加は、脱酸後に過剰なCが残留して製品の磁気特性を低くしたり、それを避けて好ましくない量のC残留を防ごうとすれば（磁気特性の観点からは、C:0.01%以下にしたい）、Cの除去に不相当な長い時間を要したり、その間に結晶成長を招いたりして本発明の目的に反することになるので、避けるべきである。

【0010】この原料を板状に成形してなる素材を用意するには、次のどちらかの方法にればよい。

【0011】1)合金の粉末または各成分の粉末混合物を適宜のバインダーを用いて板状に成形し、非酸化性雰囲気中で加熱して焼結し、冷間圧延すること。バインダーとしては、液状物であってある程度の粘度を有し、粉末または粉末混合物を粘結してグリーンを形成し、後の仮焼結で揮発または分解して去り、製品に影響を残さないものであれば、任意の材料が使用できる。具体例としては、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラールなどの水溶性物質が挙げられ、既知バインダーの中から、それぞれの場合に応じて適切なものを選択できるであろう。

【0012】2)合金の粉末または各成分の粉末混合物を粉末圧延法により板状に成形し、非酸化性雰囲気中で加熱して焼結もしくは焼鈍、または焼結とともに焼鈍し、圧延すること。この方法の実施に当たっても、適宜のバインダーを使用することにより、圧延材の取り扱いを改善できる。

【0013】本発明の高珪素鋼薄板の製造方法は、Fe-Si系の状態図における γ ループが、純粋の二成分系では平坦でSi量の低い領域(Si2%台)で閉じるが、C量の増大につれてループが次第に張り出し、たとえば0.4%Cにおいては、図1に見るようにループの端がSi4%以上まで達するという事実の発見に立脚している。すなわち、粉末冶金法で用意した前記の板状の素材を、900~1350℃、代表的には1000~1200℃に加熱して γ 相とすることにより組織を微細化し、それと同時に、含有されているC成分を利用してCO生成反応による脱酸を行ない、噴霧法等による金属粉末に不可避な、高いOの含有量を磁気材料として支障のない程度まで低減する。COの生成によりC量が低下し、 γ ループの張り出しは低くなるが、($\gamma+\alpha$)ループ内にはあり、その温度から冷却することにより、結晶

粒を微細化するとともに、規則格子(DO3およびB2と考えられる)の出現を妨げたま組織を常温に持って来ることができる。

【0014】上記のCO生成反応は、素材を用意する工程で行なう焼結または焼鈍と同時に進んでもよい。

【0015】このようにして、微細な結晶粒のFe-(4.5~8.5%)Si合金の薄板が実現する。結晶粒のサイズは、通常50 μ m以下、好適な条件で製造したものは20 μ m以下となる。容易に理解されるように、規則格子を含まない微細結晶の組織は加工性が高く、冷間圧延が可能である。いっそう微細な組織を望む場合は、この段階で、さらに冷間圧延を行なって必要限度で焼鈍を施す操作を、1回または2回程度実施するとよい。

【0016】水素を作用させる工程すなわちCH反応によるCの除去は、上記のようにして焼結し脱酸した薄板を、温度750~1350℃において50容積%以上のH₂と残部の不活性ガス、たとえばN₂ガスやArガスとからなる混合ガスの雰囲気下に置くことにより実施するとよい。Oの除去である脱酸を十分に行うためには、それに応じて多量のCを原料中に存在させなければならず、そうすると製品中に過剰のCが残ることになるので、それを最後に除去するとともに、拡散を十分に進行させるわけである。このような工程の組み合わせで、C:0.01%以下、かつO:0.05%以下の、冷間加工性の高いFe-(4.5~8.5%)Si合金が得られる。

【0017】

【実施例】Fe-6.5Si-0.4Cの組成の合金を溶製し、水噴霧法により粉末化して分級し、100メッシュ通過粉末を集めた。この合金中のO含有量は、0.23%であった。この粉末を、直径200mm、長さ200mmの双ロールの間に供給して、圧力80トンで粉末圧延を行なって、厚さ0.2mmの板状の素材を得た。

【0018】この素材を、N₂ガス中で1050℃に加熱して焼結し、焼結材を冷間圧延して厚さ0.15mmの薄板にした。1200℃に加熱して脱酸および拡散を行なった。続いて、H₂:70%+N₂:30%(容積)の混合ガス雰囲気下に、800℃に2時間加熱し、さらなる焼結とともに脱炭を行なった。

【0019】得られた高珪素鋼の薄板を分析し、引っ張り試験を行ない、さらに磁気特性を測定して、次の結果を得た：

合金組成		Si	C	O	Fe
(重量%)		6.5	0.005	0.03	残部
平均結晶	伸び	磁気特性			
サイズ		磁束密度B25	保磁力	鉄損(W/Kg)Bm=1T, 60Hz	
18 μ m	8%	13400	0.32	0.4	

【0020】

【発明の効果】本発明の高珪素鋼の薄板は、結晶粒のサ

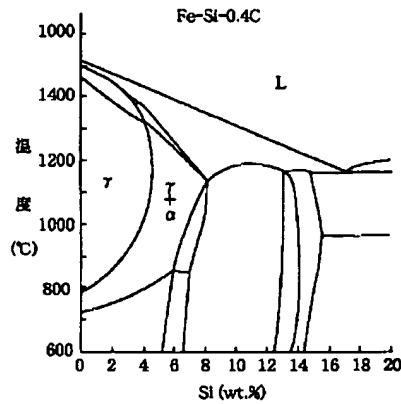
イズが $50\mu\text{m}$ 以下、好ましい製品においては $20\mu\text{m}$ 以下ときわめて微細であって、しかも規則格子をほとんど含まないから、冷間加工性が高い。圧延が容易であるため、必要に応じて任意の厚さの薄板を得ることができる。これを製造する本発明の方法は、特別の設備を必要とすることなく実施でき、既知の方法に比べて生産性が

高い。従って本発明によれば、たとえば変圧器鉄心材料として好適な、磁歪がゼロの $\text{Fe}-6.5\text{Si}$ 合金の薄板を、従来法より低いコストで製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 $\text{Fe}-\text{Si}-0.4\text{C}$ の系における状態図の、低Si側の部分。

【図1】



Best Available Copy